

PAT-NO: JP409328382A
DOCUMENT- JP 09328382 A
IDENTIFIER:
TITLE: ALUMINUM NITRIDE BASE MATERIAL FOR SEMICONDUCTOR
PRODUCTION UNIT AND ITS PRODUCTION
PUBN-DATE: December 22, 1997

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
TOYODA, SEIJI	
KUROMITSU, YOSHIO	
SUGAMURA, KUNIO	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
MITSUBISHI MATERIALS CORP	N/A

APPL-NO: JP08141276
APPL-DATE: June 4, 1996

INT-CL (IPC): C04B041/89

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject base material excellent in thermal conductivity, durability and corrosion resistance, etc., by oxidizing an aluminum nitride sintered compact to form an oxidized layer on the surface followed by forming a metal fluoride layer on the above layer.

SOLUTION: First, an aluminum nitride sintered compact 11 is heat-treated in an oxygen atmosphere at about 1,100-1,500°C to form an oxidized layer 12 on the surface of the sintered compact 11. Subsequently, a metal fluoride layer 14 (e.g. aluminum fluoride layer) is formed at a thickness of about 0.01-5µm on the surface of the oxidized layer 12 by vacuum deposition or sputtering technique, thus obtaining the objective aluminum nitride base materials 10, 20, each of which is excellent in durability to thermal shock and has high resistance to fluorine gas; therefore, this base material is useful as a holder or susceptor to put an wafer 15 on in a semiconductor production unit using esp. fluorine gas system.

COPYRIGHT: (C)1997, JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-328382

(43) 公開日 平成9年(1997)12月22日

(51) Int.Cl.⁶

C 0 4 B 41/89

識別記号

片内整理番号

F I

C 0 4 B 41/89

技術表示箇所

Z

審査請求 未請求 請求項の数 3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号

特願平8-141276

(22) 出願日

平成8年(1996)6月4日

(71) 出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72) 発明者 豊田 誠司

埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱

マテリアル株式会社総合研究所内

(72) 発明者 黒光 祥郎

埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱

マテリアル株式会社総合研究所内

(72) 発明者 菅村 邦夫

埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱

マテリアル株式会社総合研究所内

(74) 代理人 弁理士 須田 正義

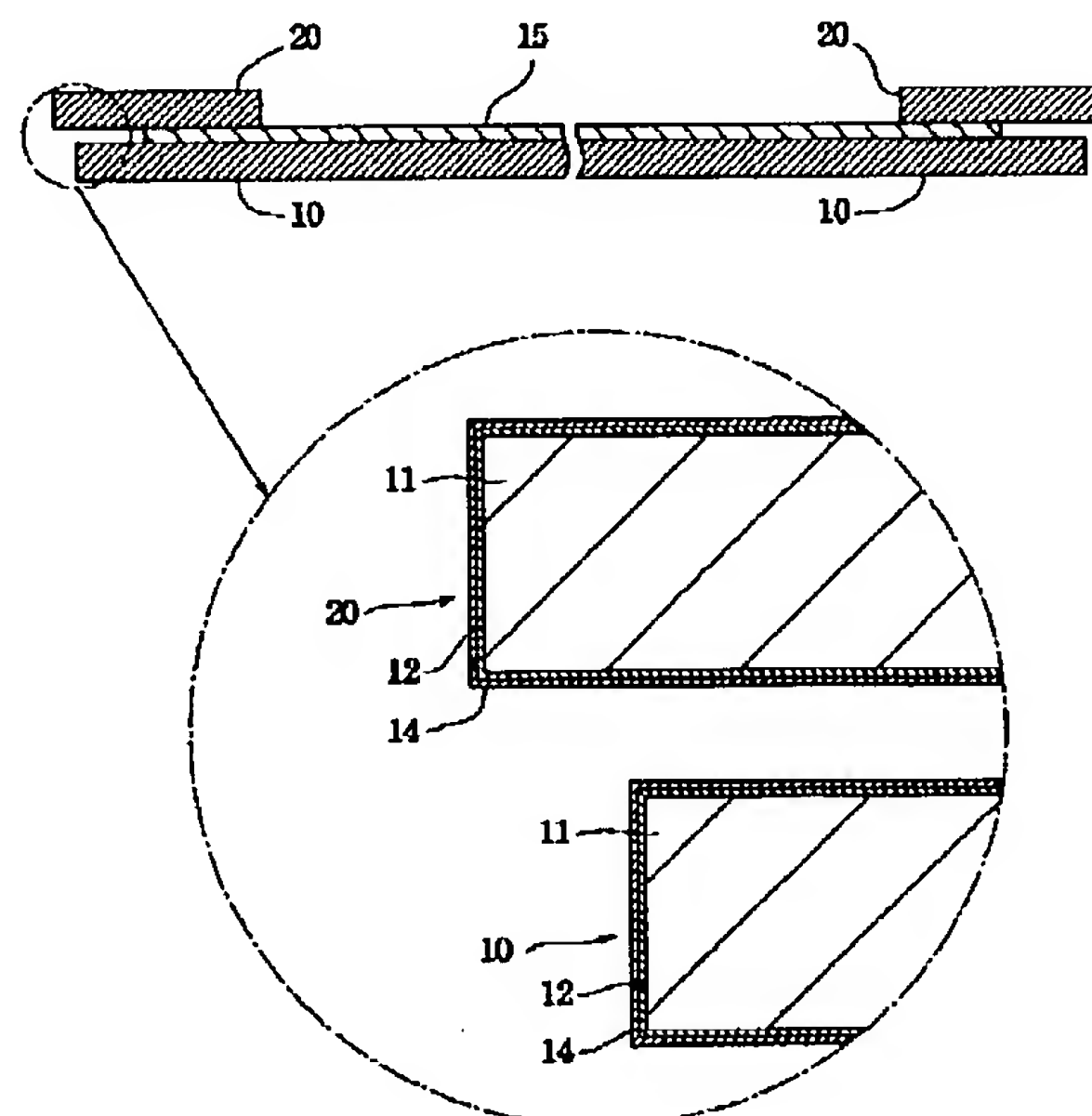
(54) 【発明の名称】 半導体製造装置用の窒化アルミニウム基材及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 熱伝導率が高く、熱衝撃に対して耐久性に優れ、かつ耐食性、特にフッ素系ガスに対して耐食性が良好な窒化アルミニウム基材を得る。

【解決手段】 半導体製造装置用の窒化アルミニウム基材10、20は、窒化アルミニウム焼結体11と、この焼結体11の表面に焼結体を酸化して形成された酸化層12と、この酸化層12の表面に形成された金属フッ化物層14とにより構成される。

10 窒化アルミニウム基材(サセプタ)
20 窒化アルミニウム基材(クランプリング)
11 窒化アルミニウム焼結体
12 酸化層
14 金属フッ化物層
15 シリコンウェーハ



【特許請求の範囲】

【請求項1】 半導体製造装置用の窒化アルミニウム基材において、

窒化アルミニウム焼結体(11)と、前記焼結体(11)の表面に前記焼結体を酸化して形成された酸化層(12)と、前記酸化層(12)の表面に形成された金属フッ化物層(14)とにより構成されたことを特徴とする半導体製造装置用の窒化アルミニウム基材。

【請求項2】 金属フッ化物層(14)の蒸気圧が600℃において0.1atm以下である請求項1記載の半導体製造装置用の窒化アルミニウム基材。

【請求項3】 半導体製造装置用の窒化アルミニウム基材の製造方法において、

窒化アルミニウム焼結体(11)を酸化して前記焼結体(11)の表面に酸化層(12)を形成し、前記酸化層(12)の表面に真空蒸着法又はスパッタリング法により金属フッ化物層(14)を形成する半導体製造装置用の窒化アルミニウム基材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体製造プロセスで用いられる、製造装置部品である窒化アルミニウム基材及びその製造方法に関する。更に詳しくは、化学気相堆積(Chemical Vapor Deposition: 以下、CVDという)装置、ドライエッチング装置等の半導体製造装置において、ウェーハを載せるホルダ若しくはサセプタ(susceptor)、又はプラズマ反応を起こす電極等に用いられる窒化アルミニウム基材及びその製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】半導体装置がより微細化し高密度化するに従って、半導体装置の製造プロセス技術の中で、CVD装置、ドライエッチング装置等の制御が重要視されるようになり、被処理物が枚葉化している。また微細化がハーフミクロン程度になった半導体装置の製造プロセスでは、クリーンルーム内のパーティクル密度を低減させることはもちろん、プロセス処理中にパーティクルを発生させない技術、又はウェーハにパーティクルを付着させない技術が極めて重要な問題になっている。

【0003】CVD装置、ドライエッチング装置等においてウェーハを載せるホルダ若しくはサセプタ、又はプラズマ反応を起こす電極等の基材は、処理時に約500℃の装置内部の雰囲気中に置かれるとともに、処理後には装置外部の室温の雰囲気中に曝される。このため、枚葉処理ではこの熱サイクルが繰返し行われ、この基材には熱衝撃に対して高い耐久性が求められる。またこの基材はヒータからの熱を効率よくウェーハ等に伝える必要がある。更にこの基材は成膜用ガス、エッチングガス等に対して腐食されないことが要求される。従来、これらの要求を満たすために、この基材には熱衝撃に対して高い耐

久性を示し、かつ熱伝導率と耐食性に優れた炭化ケイ素、窒化アルミニウム、アルマイト処理したアルミニウム、グラファイト等が使用されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、近年CVD成膜速度やドライエッチング速度が高くなるにつれて、炭化ケイ素、窒化アルミニウム、アルマイト処理したアルミニウム、グラファイトからなる基材では、その損傷が激しく、寿命が短いため、より耐食性、熱衝撃に対して耐久性の高い基材が求められるようになった。特に、窒化アルミニウムは、他の炭化ケイ素等と比較して、熱伝導率、耐食性、耐熱衝撃性がより優れていて、好ましい材料であるけれども、CVD装置やドライエッチング装置に用いられるフッ化物の成膜用ガス(WF₆, MoF₆等)、エッチングガス(CF₄, CBrF₃, SF₆, C₂Cl₂F₄, C₃F₈, CHF₃, NF₃, CH₂F₂, CCl₂F₂等)又は洗浄ガス(ClF₃等)がこの窒化アルミニウム基材に接触すると、ガス中のフッ素成分が窒化アルミニウムのアルミニウム成分と反応してフッ化物系皮膜を生成する。このフッ化物系皮膜は当初は窒化アルミニウム基材の表面に付着しているが、やがて基材表面から剥離してCVD装置やドライエッチング装置の内部を浮遊した後、ウェーハ表面に付着する恐れがあった。

【0005】本発明の目的は、熱伝導率が高く、熱衝撃に対して耐久性に優れ、かつ耐食性、特にフッ素系ガスに対する耐食性が良好な半導体製造装置用の窒化アルミニウム基材及びその製造方法を提供することにある。

【0006】

【課題を解決するための手段】請求項1に係る発明は、図1の拡大図に示すように、半導体製造装置用の窒化アルミニウム基材10、20が、窒化アルミニウム焼結体11と、この焼結体11の表面に焼結体を酸化して形成された酸化層12と、この酸化層12の表面に形成された金属フッ化物層14とにより構成されたものである。また請求項2に係る発明は、金属フッ化物層14の蒸気圧が600℃において0.1atm以下である半導体製造装置用の窒化アルミニウム基材である。これは蒸気圧が600℃において0.1atmを越える金属フッ化物を用いた場合には、CVD成膜時に気化した金属フッ化物が原料ガス(成膜用ガス)中に混入し、所望の組成や特性を有する薄膜の形成が困難になるためである。

【0007】更に請求項3に係る発明は、窒化アルミニウム焼結体11を酸化してこの焼結体11の表面に酸化層12を形成し、この酸化層12の表面に真空蒸着法又はスパッタリング法により金属フッ化物層14を形成する半導体製造装置用の窒化アルミニウム基材の製造方法である。

【0008】窒化アルミニウム焼結体の表面に焼結体を酸化して形成された酸化層を介して真空蒸着法又はスパ

ッタリング法により形成された金属フッ化物層14を設けたので、本発明の基材は第一に窒化アルミニウム焼結体11による高い熱衝撃特性を有する。この高い熱衝撃特性は窒化アルミニウムの高い熱伝導率と比較的低い熱膨張係数に依拠する。また第二に酸化層12が金属フッ化物層14と窒化アルミニウム焼結体11との密着性に寄与するとともに、蒸着法などの気相法による金属フッ化物層形成時における金属フッ化物層と窒化アルミニウム焼結体との反応を防止する。更に第三に金属フッ化物層はCVD成膜時に使用されるフッ素系ガス(ClF₃等)と窒化アルミニウム焼結体との反応を防止する。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明の窒化アルミニウム基材は、CVD装置、ドライエッチング装置等の半導体製造装置のウェーハを載せるホルダ若しくはサセプタ、又はプラズマ反応を起こす電極等に用いられる。上記以外の半導体製造装置として、酸化装置、拡散装置、イオン注入装置、真空蒸着装置、スパッタリング装置、リソグラフィ装置等が挙げられる。ウェーハはシリコンウェーハ、GaAsウェーハ等の半導体基板となるウェーハが挙げられる。図1に示すように、例えばシリコンウェーハ15がCVD装置内で窒化アルミニウム基材からなるサセプタ10の上に載せられ、やはり窒化アルミニウム基材からなるクランプリング20で保持される。

【0010】CVD装置は熱CVD装置、プラズマCVD装置、光を照射しながら堆積させる光CVD装置を含む。このCVD装置では、半導体基板であるウェーハ表面にSiO₂(二酸化シリコン)、PSG(リンガラス)、BSG(ホウ素ガラス)、ASG(ヒ素ガラス)、Si₃N₄(窒化シリコン)、多結晶シリコン、単結晶シリコン(エピタキシャル法)、W(タングステン)、Mo(モリブデン)、WSi₂、MoSi₂、TaSi₂、TiSi₂等の薄膜を形成する。これらの薄膜を形成するための原料ガス(成膜用ガス)としては、SiH₄、SiH₂Cl₂、SiHCl₃、SiCl₄、SiBr₄、WF₆、MoF₆、TaCl₅、TiCl₄等が使用される。また洗浄用ガスとしてClF₃等が使用される。またドライエッチング装置はプラズマ・エッチング装置、反応性イオン・エッチング装置を含む。このドライエッチング装置では、半導体基板であるウェーハ表面又はこのウェーハ表面に形成された上記薄膜の一部又は全部を除去する。このエッチングガスとしては、CF₄、CF₄+O₂、CBrF₃、CCl₄+O₂、Cl₂、SiCl₄、SF₆、C₂Cl₂F₄、C₃F₈、CHF₃、NF₃、CH₂F₂、CCl₂F₂等が使用される。

【0011】窒化アルミニウム基材は、主として窒化アルミニウム焼結体により構成される。この基材は、半導体製造装置内の仕様に応じて、板状、リング状、バルク状、台状等に種々の形状に形成される。この窒化アルミニウム焼結体は、窒化アルミニウム単体のみからなる焼

結体に限らず、窒化アルミニウムを主成分とし、各種添加物、例えばCaO、Y₂O₃等を含む焼結体でもよい。例えば、窒化アルミニウム焼結体は、窒化アルミニウム粉末にY₂O₃等の焼結助剤を5wt%程度添加した成型体をN₂雰囲気にて1700~1800℃で常圧にて焼結して得られる。この焼結体の表面に設けられる酸化層は、窒化アルミニウム焼結体を1×10⁻²atm以上の酸素分圧であってかつ1×10⁻³atm以下の水蒸気分圧の雰囲気において、1100~1500℃で3~0.5時間程度熱処理することにより作られる。温度を高くする程、処理時間は短くてよい。この熱処理により窒化アルミニウム焼結体の表面が酸化され、気孔率0.01~15容積%の多孔質の酸化層(Al₂O₃層)が形成される。酸化層は0.1~10μmの厚さに形成される。0.1μm未満では基材の耐食性が不十分であり、10μmを越えると酸化層にクラック、割れ等が生じ易くなる。

【0012】この酸化層の表面には真空蒸着法又はスパッタリング法により金属フッ化物層形成される。この金属フッ化物層は0.01~5μmの厚さに形成される。0.01μm未満では基材の耐食性が不十分であり、5μmを越えると、この金属フッ化物層にクラックを生じ易くなる。金属フッ化物としては、AlF₃、MgF₂、ZrF₄等が例示される。

【0013】

【実施例】次に本発明の実施例を比較例とともに説明する。

<実施例1>まず、厚さ1mmの窒化アルミニウム焼結体を50×50mmの正方形に切り出し、O₂雰囲気中、1300℃で1時間熱処理を行い、焼結体表面に厚さ3.0μmの多孔質Al₂O₃層からなる酸化層を形成した。次に、純度99.5%のAlF₃ターゲットを用い、出力300W、基板回転数10rpmの条件で高周波スパッタリング法により上記酸化層の表面に厚さ0.1μmのAlF₃層を形成した。この窒化アルミニウム焼結体と酸化層とAlF₃層からなる窒化アルミニウム基材を実施例1とした。

【0014】<実施例2>実施例1のAlF₃ターゲットの代わりに、純度99.5%のMgF₂ターゲットを用いた以外は、実施例1と同様にして厚さ0.1μmのMgF₂層を有するAlN焼結体を作製した。この窒化アルミニウム焼結体と酸化層とMgF₂層からなる窒化アルミニウム基材を実施例2とした。

【0015】<実施例3>実施例1のAlF₃ターゲットの代わりに、純度99.5%のZrF₄ターゲットを用いた以外は、実施例1と同様にして厚さ0.1μmのZrF₄層を有するAlN焼結体を作製した。この窒化アルミニウム焼結体と酸化層とZrF₄層からなる窒化アルミニウム基材を実施例3とした。

【0016】<比較例1>実施例1と同じ形状の窒化ア

5

ルミニウム焼結体を用い、この焼結体の表面に何も形成しなかった。この窒化アルミニウム基材を比較例1とした。

【0017】＜比較例2＞実施例1と同じ形状の窒化アルミニウム焼結体を O_2 雰囲気中、 $1300^{\circ}C$ で1時間熱処理を行い、焼結体表面に厚さ $3.0\mu m$ の多孔質 Al_2O_3 層からなる酸化層を形成した。この窒化アルミニウム基材を比較例2とした。

【0018】＜比較試験＞実施例1から実施例3の窒化アルミニウム基材と比較例1、2の窒化アルミニウム基
材の耐フッ素ガス性を評価するために、これらの基材をA1製チャンバ内に入れ、 CF_3 ガス雰囲気中、 $600^{\circ}C$ で10時間保持した。比較試験の前後の基材の重量を測定し、それぞれ重量変化を調べた。また比較試験前後の基材表面を光学顕微鏡で観察し、その変化の有無を調べた。その結果を表1に示す。

【0019】

【表1】

試料	重量変化 (%)	表面の組織変化
実施例1	0.01	なし
実施例2	0.02	なし
実施例3	0.02	なし
比較例1	0.25	微細な付着物多数
比較例2	0.06	なし

【0020】表1から明らかなように、実施例1から実施例3の窒化アルミニウム基材では比較試験前後の重量変化は小さく、更に基材表面の変化はなかったのに対し、比較例1の窒化アルミニウム基材では重量変化が大

6

きく、基材表面には微細な付着物が多数観察された。即ち、比較例1では窒化アルミニウムと CF_3 ガスとの間で反応が起こり、表面に微細な反応生成物が多数形成され、それらが基材から剥離したものと考えられた。また、比較例2の窒化アルミニウム基材では、表面の組織変化は認められなかったが、重量変化が実施例1のそれより大きいことから、窒化アルミニウムと CF_3 ガスとの間で一部反応が起こったものと考えられた。

【0021】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、窒化アルミニウム基材の表面に酸化層を介して、金属フッ化物層を形成したので、従来の熱伝導率が高く、熱衝撃に対して耐久性に優れた窒化アルミニウム焼結体のみの基材に比べて、本発明の窒化アルミニウム基材はこれ以外の特性に加えて更に高い耐フッ素ガス性を有する。この結果、本発明の窒化アルミニウム基材は、特にフッ素系ガスを用いる半導体製造装置におけるウェーハを載せるホルダ若しくはサセプタ、又はプラズマ反応を起こす電極等の基材として優れる。

20 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の窒化アルミニウム基材をサセプタ及びクランプリングに用いたCVD装置の要部拡大断面図。

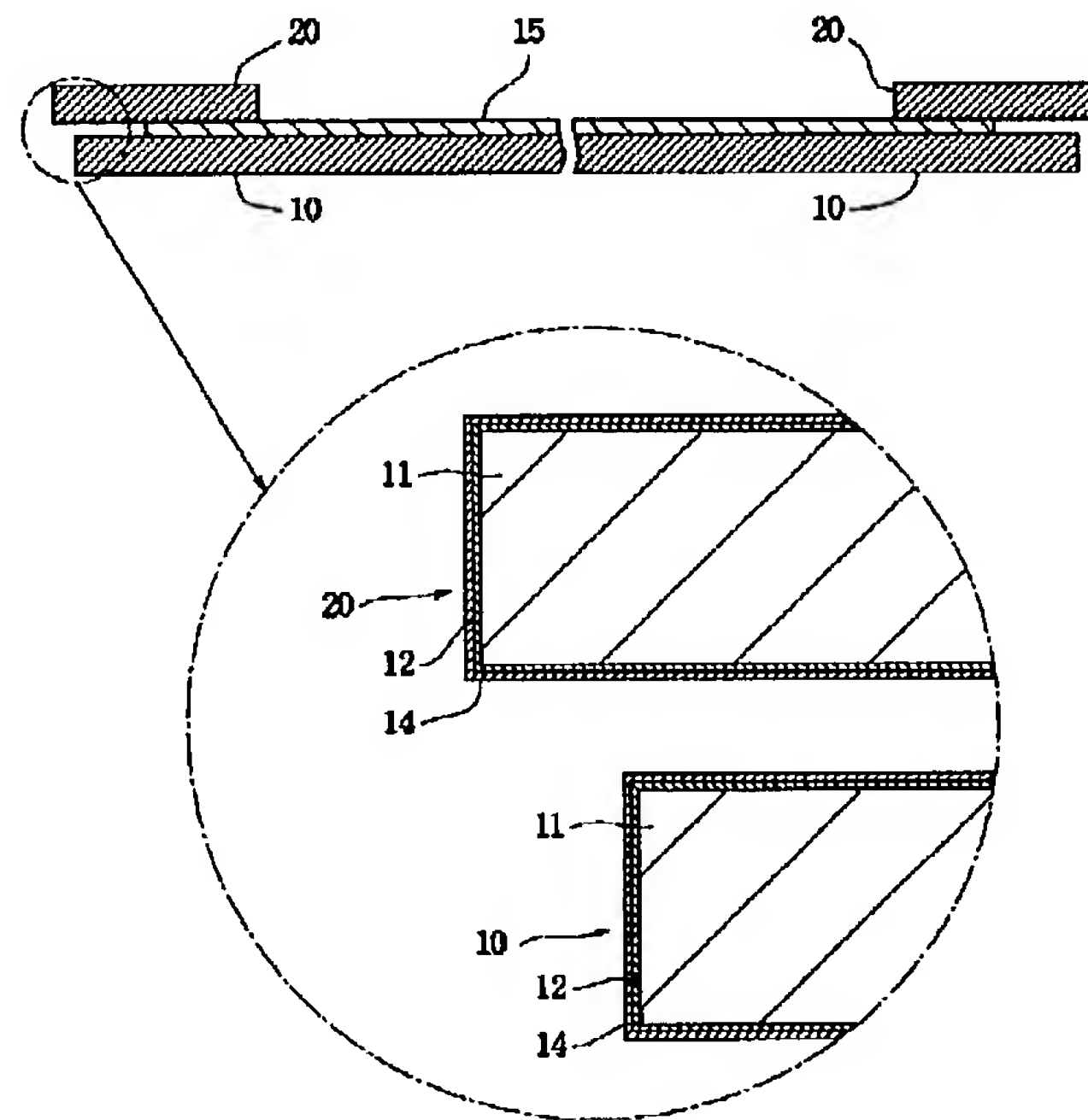
【符号の説明】

- 10 窒化アルミニウム基材（サセプタ）
- 20 窒化アルミニウム基材（クランプリング）
- 11 窒化アルミニウム焼結体
- 12 酸化層
- 14 金属フッ化物層
- 15 シリコンウェーハ

30

【図1】

- 10 窒化アルミニウム基材(サセブタ)
- 20 窒化アルミニウム基材(クランプリング)
- 11 窒化アルミニウム焼結体
- 12 酸化膜
- 14 金属フッ化物層
- 15 シリコンウェーハ



* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] This invention relates to the alumimium nitride base material which is the manufacturing installation components used in a semiconductor manufacture process, and its manufacture method. Furthermore, it is related with the alumimium nitride base material used for the holder or susceptor (susceptor) which carries a wafer, or the electrode which causes a plasma reaction in detail in semiconductor fabrication machines and equipment, such as chemical-vapor-deposition (Chemical Vapor Deposition: henceforth CVD) equipment, and a dry etching system, and its manufacture method.

[0002]

[Description of the Prior Art] In the manufacture process technology of a semiconductor device, importance came to be attached to control of a CVD system, a dry etching system, etc., and the processed material has sheet-sized as a semiconductor device makes it detailed more and carries out densification. Moreover, in the manufacture process of a semiconductor device that detailed-ization became a half micron degree, the technology in which particle is not generated during process processing, or the technology in which particle is not made to adhere to a wafer has been a very important problem as well as reducing the particle density in a clean room.

[0003] Base materials, such as an electrode which causes the holder or susceptor which carries a wafer in a CVD system, a dry etching system, etc., or a plasma reaction, are put to the ambient atmosphere of the room temperature of the equipment exterior after processing while they are put on the ambient atmosphere inside about 500-degree C equipment at the time of processing. For this reason, in sheet processing, this heat cycle is performed repeatedly and this base material is asked for high endurance from a thermal shock. Moreover, this base material needs to conduct the heat from a heater to a wafer etc. efficiently. Furthermore, it is required that this base material should not be corroded to the gas for membrane formation, etching gas, etc. In order to fill these demands conventionally, the silicon carbide which showed high endurance to this base material to the thermal shock, and was excellent in thermal conductivity and corrosion resistance, alumimium nitride, the aluminum which carried out alumite processing, graphite, etc. are used.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, with silicon carbide, alumimium nitride, the aluminum that carried out alumite processing, and the base material which consists of graphite, the damage was intense, and since the life is short, a base material with high endurance came to be called for more from corrosion resistance and a thermal shock, as CVD membrane formation speed and dry etching speed became high in recent years. Especially, also although thermal conductivity, corrosion resistance, and thermal shock resistance are more excellent and are a desirable material as compared with other silicon carbide etc., alumimium nitride The gas for membrane formation of the fluoride used for a CVD system or a dry etching system (WF₆, MoF₆ grade), If etching gas (CF₄, CBrF₃, SF₆, C₂Cl₂F₄, C₃F₈, CHF₃ and NF₃, CH₂F₂, and CCl₂F₂ grade) or washing gas (ClF₃ grade) contacts this alumimium nitride base material The fluorine component in gas reacts with the aluminum component of alumimium nitride, and generates a fluoride system coat. Although this fluoride system coat had adhered to the surface of an alumimium nitride base material at the beginning, after exfoliating from the base material surface soon and floating the interior of a CVD system or a dry etching system, there was a possibility of adhering to the wafer surface.

[0005] The purpose of this invention has high thermal conductivity, and is to excel in endurance and for corrosion resistance and the corrosion resistance especially over fluorine system gas offer the alumimium nitride base material and its manufacture method for good semiconductor fabrication machines and equipment to a thermal shock.

[0006]

[Means for Solving the Problem] Invention concerning claim 1 is constituted by the oxidizing zone 12 by which

the aluminum nitride base materials 10 and 20 for semiconductor fabrication machines and equipment were oxidized and formed in the surface of the aluminum nitride sintered compact 11 and this sintered compact 11 in a sintered compact, and the metal fluoride layer 14 formed in the surface of this oxidizing zone 12 as shown in an enlarged view of drawing 1. Moreover, vapor pressure of the metal fluoride layer 14 of invention concerning claim 2 is the aluminum nitride base material for semiconductor fabrication machines and equipment which is 0.1 or less atms in 600 degrees C. This is because formation of a thin film which a metal fluoride evaporated at the time of CVD membrane formation mixes into material gas (gas for membrane formation), and has a desired presentation and a desired property becomes difficult, when a metal fluoride with which vapor pressure exceeds 0.1atm(s) in 600 degrees C is used.

[0007] Furthermore, invention concerning claim 3 is the manufacture method of an aluminum nitride base material for semiconductor fabrication machines and equipment which oxidizes the aluminum nitride sintered compact 11, forms an oxidizing zone 12 in the surface of this sintered compact 11, and forms the metal fluoride layer 14 in the surface of this oxidizing zone 12 by vacuum deposition method or the sputtering method.

[0008] Since the metal fluoride layer 14 formed by vacuum deposition method or the sputtering method through an oxidizing zone oxidized and formed in the surface of an aluminum nitride sintered compact in a sintered compact was formed, a base material of this invention has a high thermal shock property by the aluminum nitride sintered compact 11 in the first place. This high thermal shock property is based on high thermal conductivity of aluminum nitride, and a comparatively low coefficient of thermal expansion. Moreover, while an oxidizing zone 12 contributes [second] to the adhesion of the metal fluoride layer 14 and the aluminum nitride sintered compact 11, a reaction of a metal fluoride layer and an aluminum nitride sintered compact at the time of metal fluoride stratification by gaseous-phase methods, such as vacuum deposition, is prevented. Furthermore, a metal fluoride layer prevents a reaction of a fluorine system gas (ClF_3 grade) and an aluminum nitride sintered compact which are used at the time of CVD membrane formation to the third.

[0009]

[Embodiment of the Invention] The aluminum nitride base material of this invention is used for the holder or susceptor which carries the wafer of semiconductor fabrication machines and equipment, such as a CVD system and a dry etching system, or the electrode which causes a plasma reaction. As semiconductor fabrication machines and equipment other than the above, an oxidation system, dispersion equipment, ion implantation equipment, a vacuum evaporation system, a sputtering system, lithography equipment, etc. are mentioned. The wafer with which a wafer serves as semiconductor substrates, such as a silicon wafer and a GaAs wafer, is mentioned. As shown in drawing 1, it is carried on the susceptor 10 which the silicon wafer 15 becomes from an aluminum nitride base material within a CVD system, and is held in the clamp ring 20 which consists of an aluminum nitride base material too.

[0010] A CVD system contains the photon assisted CVD system made to deposit, irradiating a heat CVD system, plasma-CVD equipment, and light. In this CVD system, the thin film of SiO_2 (diacid-ized silicon), PSG (phosphorus glass), BSG (boron glass), ASG (arsenic glass), Si_3N_4 (silicon nitride), polycrystalline silicon, single crystal silicon (epitaxial law), W (tungsten), Mo (molybdenum), WSi_2 , MoSi_2 and TaSi_2 , and TiSi_2 grade is formed in the wafer surface which is a semiconductor substrate. As material gas (gas for membrane formation) for forming these thin films, SiH_4 , SiH_2Cl_2 , SiHCl_3 , SiCl_4 , SiBr_4 , WF_6 , MoF_6 and TaCl_5 , and TiCl_4 grade are used. Moreover, ClF_3 grade is used as gas for washing. Moreover, a dry etching system contains a plasma etching system and a reactive ion etching system. In this dry etching system, some or all of the above-mentioned thin film that was formed in the wafer surface which is a semiconductor substrate, or this wafer surface is removed. As this etching gas, CF_4 , CF_4+O_2 , CBrF_3 , CCl_4+O_2 , Cl_2 , SiCl_4 and SF_6 , $\text{C}_2\text{Cl}_2\text{F}_4$, C_3F_8 , CHF_3 and NF_3 , CH_2F_2 , and CCl_2F_2 grade is used.

[0011] An aluminum nitride base material is mainly constituted by the aluminum nitride sintered compact. This base material is formed in the shape of the shape of the shape of tabular and a ring, and bulk, and a base etc. at various configurations according to the specification in semiconductor fabrication machines and equipment. The sintered compact which uses as a principal component not only the sintered compact that consists only of an aluminum nitride simple substance but aluminum nitride, and contains various additive, for example, CaO , and Y_2O_3 grade is sufficient as this aluminum nitride sintered compact. for example, an aluminum nitride sintered compact -- aluminum nitride powder -- the sintering acid of Y_2O_3 grade -- about 5wt% -- the added molding object is sintered by ordinary pressure at 1700-1800 degrees C in N_2 ambient atmosphere, and it is obtained. The oxidizing zone prepared in the surface of this sintered compact is made by being the oxygen tension of 1×10 to 2 or more atms, and heat-treating an aluminum nitride sintered compact at 1100-1500 degrees C for about 3 to 0.5 hours in the ambient atmosphere of the steam partial pressure of 1×10 to 3 or less atms. The processing time may be so short that temperature is made high. The surface of an aluminum nitride sintered compact oxidizes by this heat treatment, and the oxidizing zone (O_3 layers of aluminum) of the porosity of porosity 0.01 - 15 capacity % i

formed. An oxidizing zone is formed in the thickness of 0.1-10 micrometers. If less than 0.1 micrometers of the corrosion resistance of a base material are insufficient and 10 micrometers is exceeded, it will become easy to produce a crack, a crack, etc. in an oxidizing zone.

[0012] The metal fluoride stratification is carried out to the surface of this oxidizing zone by the vacuum deposition method or the sputtering method. This metal fluoride layer is formed in the thickness of 0.01-5 micrometers. If less than 0.01 micrometers of the corrosion resistance of a base material are insufficient and 5 micrometers is exceeded, it will become easy to produce a crack in this metal fluoride layer. As a metal fluoride, AlF_3 , MgF_2 , and ZrF_4 grade are illustrated.

[0013]

[Example] Next, the example of this invention is explained with the example of a comparison.

<Example 1> First, the aluminum nitride sintered compact with a thickness of 1mm was cut down in square of 50x50mm, heat treatment was performed at 1300 degrees C among O_2 ambient atmosphere for 1 hour, and the oxidizing zone which consists of 2O_3 layers of porosity aluminum with a thickness of 3.0 micrometers was formed in the sintered compact surface. Next, three layer of $\text{AlF}(\text{s})$ with a thickness of 0.1 micrometers were formed in the surface of the above-mentioned oxidizing zone by the RF-sputtering method on condition that output 300W and substrate rotational frequency 10rpm using AlF_3 target of 99.5% of purity. The aluminum nitride base material which consists of this aluminum nitride sintered compact and oxidizing zone, and three layer of $\text{AlF}(\text{s})$ was made into the example 1.

[0014] Instead of AlF_3 target of the <example 2> example 1, the AlN sintered compact which has MgF two-layer with a thickness of 0.1 micrometers like an example 1 was produced except having used MgF_2 target of 99.5% of purity. The aluminum nitride base which consists of this aluminum nitride sintered compact, oxidizing zone, and MgF two-layer was made into the example 2.

[0015] Instead of AlF_3 target of the <example 3> example 1, the AlN sintered compact which has four layer of $\text{ZrF}(\text{s})$ with a thickness of 0.1 micrometers like an example 1 was produced except having used ZrF_4 target of 99.5% of purity. The aluminum nitride base which consists of this aluminum nitride sintered compact and oxidizing zone, and four layer of $\text{ZrF}(\text{s})$ was made into the example 3.

[0016] Nothing was formed in the surface of this sintered compact using the aluminum nitride sintered compact of the same configuration as the <example 1 of comparison> example 1. This aluminum nitride base material was made into the example 1 of a comparison.

[0017] The oxidizing zone which performs heat treatment at 1300 degrees C among O_2 ambient atmosphere for 1 hour, and becomes the sintered compact surface from 2O_3 layers of porosity aluminum with a thickness of 3.0 micrometers about the aluminum nitride sintered compact of the same configuration as the <example 2 of comparison> example 1 was formed. This aluminum nitride base material was made into the example 2 of a comparison.

[0018] In order to evaluate the fluorine gas-proof nature of the aluminum nitride base material of the <comparative study> example 1 to the example 3, and the aluminum nitride base material of the examples 1 and 2 of a comparison, these base materials were put in in the chamber made from aluminum, and it held at 600 degrees C among the ClF_3 gas ambient atmosphere for 10 hours. The weight of the base material before and after comparative study was measured, and weight change was investigated, respectively. Moreover, the base material surface before and behind a comparative study was observed with the optical microscope, and the existence of the change was investigated. The result is shown in a table 1.

[0019]

[A table 1]

試料	重量変化 (%)	表面の組織変化
実施例 1	0.01	なし
実施例 2	0.02	なし
実施例 3	0.02	なし
比較例 1	0.25	微細な付着物多数
比較例 2	0.06	なし

[0020] The weight change before and behind a comparative study was small, further, to there having been no change on the surface of a base material, with the aluminum nitride base material of the example 1 of a comparison, weight change was large and many detailed affixes were observed in the base material surface with the aluminum nitride base material of an example 1 to the example 3 so that clearly from a table 1. That is, in the example 1 of a comparison, the reaction occurred between aluminum nitride and ClF_3 gas, many detailed

resultants were formed in the surface, and it was thought that they exfoliated from the base material. Moreover, with the aluminium nitride base material of the example 2 of a comparison, although a surface organization change was accepted and there was no ** and others, since weight change was larger than that of an example 1, it was thought that the reaction occurred in part between aluminium nitride and ClF₃ gas.

[0021]

[Effect of the Invention] Since the metal fluoride layer was formed in the surface of an aluminium nitride base material through the oxidizing zone according to this invention as stated above, the conventional thermal conductivity is high and, as for the aluminium nitride base material of this invention, in addition to properties other than this, it has still higher fluorine gas-proof nature compared with the base material of only the aluminium nitride sintered compact which was excellent in endurance to the thermal shock. Consequently, especially the aluminium nitride base material of this invention is excellent as base materials, such as an electrode which causes the holder or susceptor which carries the wafer in the semiconductor fabrication machines and equipment which use fluorine system gas, or a plasma reaction.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] An alumimium nitride base material for semiconductor fabrication machines and equipment characterized by what was constituted by an oxidizing zone (12) oxidized and formed in the surface of an alumimium nitride sintered compact (11) and said sintered compact (11) in said sintered compact in an alumimium nitride base material for semiconductor fabrication machines and equipment, and metal fluoride layer (14) formed in the surface of said oxidizing zone (12).

[Claim 2] An alumimium nitride base material for semiconductor fabrication machines and equipment according to claim 1 whose vapor pressure of a metal fluoride layer (14) is 0.1 or less atms in 600 degrees C.

[Claim 3] A manufacture method of an alumimium nitride base material for semiconductor fabrication machines and equipment which oxidizes an alumimium nitride sintered compact (11), forms an oxidizing zone (12) in the surface of said sintered compact (11) in a manufacture method of an alumimium nitride base material for semiconductor fabrication machines and equipment, and forms a metal fluoride layer (14) in the surface of said oxidizing zone (12) by vacuum deposition method or the sputtering method.

[Translation done.]

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] The important section expanded sectional view of a CVD system which used the alumimium nitride base material of this invention for the susceptor and the clamp ring.

[Description of Notations]

10 Alumimium Nitride Base Material (Susceptor)

20 Alumimium Nitride Base Material (Clamp Ring)

11 Alumimium Nitride Sintered Compact

12 Oxidizing Zone

14 Metal Fluoride Layer

15 Silicon Wafer

[Translation done.]